

DERWENT-ACC-NO: 1992-102645

DERWENT-WEEK: 199944

COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Soft magnetic thin film for magnetic
head, for high density recording - has compsn.
comprising iron@, carbon@, oxygen acid Gp=IIIa, Gp=IVa or
Gp=Va elements

PATENT-ASSIGNEE: TDK CORP [DENK]

PRIORITY-DATA: 1990JP-0156942 (June 15, 1990)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PAGES	MAIN-IPC	PUB-DATE	LANGUAGE
JP 04048707 A	009	N/A	February 18, 1992	N/A
JP 2950917 B2	008	H01F 010/14	September 20, 1999	N/A

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DATE	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO
JP 04048707A	June 15, 1990	N/A	1990JP-0156942
JP 2950917B2	June 15, 1990	N/A	1990JP-0156942
JP 2950917B2	N/A	Previous Publ.	JP 4048707

INT-CL (IPC): C01G049/00, C22C038/00, G11B005/66,
H01F010/14

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 04048707A

BASIC-ABSTRACT:

Film has atomic ratio compsn. expressed by the following
formula
Fe_{100-(a+b+c)}MaCbOc, (where M = one or more types selected

Trans. Eordard
3/02

among 3 A gp.
elements, 4 A gp. elements, and 5 A gp. elements, a is 2-15,
b+c is 4-35, b is
1-34, c is 1-34.

USE/ADVANTAGE - The film is used in magnetic head suited for
high density
recording, thin film inductor, etc. This soft magnetic thin
film has high
saturation magnetic flux density Bs, high magnetic
permeability esp. at high
frequency, high electrical resistability, and good heat
stability.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.2/2

DERWENT-CLASS: L03 M27 R34 R42 T03 V02

CPI-CODES: L03-B05M; M27-A; M27-A00C; M27-A00X;

EPI-CODES: T03-A03E; V02-A02B1; V02-A02B2; V02-B03;
V02-F01N;

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-048707

(43)Date of publication of application : 18.02.1992

(51)Int.Cl.

H01F 10/14
C01G 49/00
C22C 38/00
G11B 5/66
G11B 5/706

(21)Application number : 02-156942

(71)Applicant : TDK CORP

(22)Date of filing : 15.06.1990

(72)Inventor : SUGAYA MASATATSU
SATO YUICHI
KAWAMOTO OSAMU

(54) SOFT MAGNETIC THIN FILM

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a soft magnetic thin film having high saturation magnetic flux density and magnetic permeability and moreover having high electric resistivity by having atomic ratio constitution to be expressed by a specific formula between Fe, one element or more selected from group 3A, group 4A and group 5A, C and O.

CONSTITUTION: This soft magnetic thin film has atomic ratio constitution to be shown by $\text{Fe}_{100-(a+b+c)}\text{M}_a\text{C}_b\text{O}_c$. M is one kind or more to be selected from group 3A elements, group 4A elements and group 5A elements, while having the relation: $2=a=15$, $4=b+c=35$, $1=b=34$, $1=c=34$. Further since oxygen and carbon are contained, magnetic permeability μ and electric resistivity ρ are high, thermostability is good, moreover, lowering in saturation magnetic flux density B_s due to addition of hydrogen and carbon is little. When such a soft magnetic thin film is applied to a magnetic head, writing can be sufficiently performed on a magnetic recording medium of high coercive force besides high recording and regeneration sensitivity can be obtained, in addition a high-frequency characteristic can be improved.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平4-48707

⑮ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成4年(1992)2月18日

H 01 F 10/14
C 01 G 49/00
C 22 C 38/00
G 11 B 5/66
5/706

3 0 3 A
S

9057-5E
9151-4G
7047-4K
7177-5D
8721-5D

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全9頁)

⑮ 発明の名称 軟磁性薄膜

⑯ 特 願 平2-156942

⑰ 出 願 平2(1990)6月15日

⑱ 発 明 者 菅 屋 正 達 東京都中央区日本橋1丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内

⑱ 発 明 者 佐 藤 雄 一 東京都中央区日本橋1丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内

⑱ 発 明 者 河 本 修 東京都中央区日本橋1丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内

⑲ 出 願 人 ティーディーケイ株式会社 東京都中央区日本橋1丁目13番1号

⑳ 代 理 人 弁理士 石井 陽一 外1名

明 細 書 膜。

1. 発明の名称

軟磁性薄膜

3. 発明の詳細な説明

<産業上の利用分野>

本発明は、軟磁性薄膜、特に高密度記録に適した磁気ヘッド、薄膜インダクタ等に用いられる軟磁性薄膜に関する。

2. 特許請求の範囲

(1) 下記式で表わされる原子比組成を有することを特徴とする軟磁性薄膜。

式 $Fe_{100-(a+b+c)}M_aC_bO_c$

(上式においてMは、3A族元素、4A族元素および5A族元素から選ばれる1種以上であり、 $2 \leq a \leq 15$ 、 $4 \leq b + c \leq 35$ 、 $1 \leq b \leq 34$ 、 $1 \leq c \leq 34$ である。)

(2) Feを主成分とする主磁性相を有し、前記主磁性相の結晶粒子の平均結晶粒径Dが1000Å以下である請求項1に記載の軟磁性薄膜。

(3) Feを主成分とする主磁性層を有し、前記主磁性相の結晶粒子が全体の50体積%以上存在する請求項1または2に記載の軟磁性薄

<従来の技術>

磁気記録の分野では、磁気記録の高密度化、高周波化が進んでいる。

そして、磁気記録の高密度化に伴ない、磁気記録媒体の保磁力Hcが高くなってきている。

このため、従来のセンダストやパーマロイを用いた磁気ヘッドでは、軟磁性薄膜の飽和磁束密度Bsが不十分なため、高保磁力、例えば保磁力Hcが1400 Oe以上の磁気記録媒体に十分に書き込むことができない。

このような事情から飽和磁束密度 B_s が高い軟磁性薄膜 (15 kG) が種々提案されている。

これらは単層膜あるいは多層膜であるが、製造上、構造が単純な単層膜が好ましい。

また、高周波化に関しては、例えば 7 MHz で使用される S-VHS 方式の家庭用 VTR が実用化されている。

そして、今後は、10~20 MHz 帯域にて使用されるシステムが実用化されることが考えられる。

このような高周波領域では、膜厚にもよるが、例えば、通常 MIG 型磁気ヘッドや薄膜磁気ヘッドに使用されている 1~5 μ m 程度の膜厚の軟磁性薄膜の場合、渦電流による損失が増加し、透磁率 μ が低下する。

例えば、高飽和磁束密度の軟磁性薄膜として電子情報通信学会技術研究報告 MR89-12 には、Fe-(Ti, Zr, Hf)-C 軟磁性薄膜が開示されている。

しかし、酸素含有量が少なく、しかも炭素を含有していないため、透磁率 μ が低く、十分な軟磁性特性を得ることができずかつ電気抵抗率 ρ も不十分である。

また、1989年電子情報通信学会秋期全国大会 C-5 には、高飽和磁束密度の Fe-(Ta, Nb)-N-O 軟磁性薄膜が開示されている。

しかし、酸素含有量が少なく、しかも炭素を含有していないため、電気抵抗率 ρ が不十分であり、このため高周波数領域、特に 10~20 MHz での透磁率 μ が低下してしまう。

< 発明が解決しようとする課題 >

本発明の目的は、飽和磁束密度 B_s が高く、透磁率 μ が高く、しかも電気抵抗率 ρ が高い軟磁性薄膜を提供することにある。

しかし、飽和磁束密度 B_s や比較的低い周波数での透磁率 μ は高いが、電気抵抗率 ρ が低い。

このため高周波数領域、例えば、10~20 MHz での透磁率 μ が低下してしまう。

透磁率 μ の低下を防止するには、例えば、軟磁性薄膜の間に SiO₂ 等の絶縁膜を挿入し、電気抵抗率 ρ を向上させればよい。

しかし、折角単純な構造の単層膜で軟磁性が得られる薄膜でも膜の間に絶縁膜が挿入されるため、多層膜と同様の構造となり、製造工程が増加し、しかも複雑になる。

また、特開昭 64-22403 号公報には、「Fe を主体とし、Ti, Zr, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W, Mn, Ru, Os, Co, Ni, B, C, Al, Si, Ga, Ge, Sn, P, Sb の少なくとも一種を 20 at% 以下含有し、かつ酸素を 0.005~3 at% 含有する軟磁性薄膜」が開示されている。

< 課題を解決するための手段 >

このような目的は下記 (1)~(3) の本発明によって達成される。

(1) 下記式で表わされる原子比組成を有することを特徴とする軟磁性薄膜。



(上式において M は、3A 族元素、4A 族元素および 5A 族元素から選ばれる 1 種以上であり、 $2 \leq a \leq 15$ 、 $4 \leq b+c \leq 35$ 、 $1 \leq b \leq 34$ 、 $1 \leq c \leq 34$ である。)

(2) Fe を主成分とする主磁性相を有し、前記主磁性相の結晶粒子の平均結晶粒径 D が 1000 Å 以下である上記 (1) に記載の軟磁性薄膜。

(3) Fe を主成分とする主磁性層を有し、前記主磁性相の結晶粒子が全体の 50 体積 % 以上存在する上記 (1) または (2) に記載の軟磁性薄膜。

<作用>

本発明の軟磁性薄膜は、酸素および炭素を含有するため、透磁率 μ および電気抵抗率 ρ が高く、熱的安定性が良く、しかも酸素および炭素添加による飽和磁束密度 B_s の低下が少ない。

この場合、酸素が含有されていないと、電気抵抗率 ρ が不十分であり、高周波数での透磁率 μ が低い。

また、炭素が含有されていないと、軟磁気特性が低下し、さらに熱的安定性が低下する。

このような、本発明の軟磁性薄膜を例えば、磁気ヘッドに適用する場合、高保磁力の磁気記録媒体に十分書き込むことができ、しかも高い記録・再生感度を得られ、加えて、高周波数特性が向上する。

<発明の具体的構成>

以下、本発明の具体的構成を詳細に説明する。

前記範囲をこえると飽和磁束密度 B_s が12 kG程度以下に低下する。

b は1~34、好ましくは5~18である。

前記範囲未満では十分な軟磁気特性や高い熱的安定性が得られない。

前記範囲をこえると飽和磁束密度 B_s が12 kG程度以下に低下する。

c は1~34である。

前記範囲未満では、電気抵抗率 ρ が $100 \times 10^{-10} \Omega \cdot \text{cm}$ 程度以下に低下する。そして、例えば本発明を薄膜磁気ヘッドに適用した場合、高周波数領域、特に10~20 MHzでの再生感度が低下する。

前記範囲をこえると、飽和磁束密度 B_s が12 kG程度以下に低下する。

そして、例えば本発明を薄膜磁気ヘッドに適用した場合、高保磁力、特に保磁力 H_c が1400 Oe程度以上の磁気記録媒体に対し、オーバーライト特性が低下する。

本発明の軟磁性薄膜は、下記式で示される原子比組成を有する。



上式において M は、3A族元素、4A族元素および5A族元素から選ばれる1種以上である。

このうち、熱的安定性の点で Y 、 Ti 、 Zr 、 Hf 、 Nb および Ta の1種以上が好ましい。

また、 a は2~15、好ましくは3~13、より好ましくは4~11、特に好ましくは5~10である。

前記範囲未満では、微細結晶とならないため、十分な軟磁性が得られない。

前記範囲をこえると飽和磁束密度 B_s が12 kG程度以下に低下する。

$b+c$ は4~35、好ましくは7~30、特に好ましくは9~27である。

前記範囲未満では、微細結晶とならないため、十分な軟磁性が得られない。

この場合、 c の下限値は3、より好ましくは4、特に好ましくは5であることが好ましい。また、 c の上限値は30、より好ましくは25、特に好ましくは15であることが好ましい。

c が前記範囲の場合、飽和磁束密度 B_s を高く維持し、しかも高周波数領域、特に10~20 MHzの透磁率 μ を向上させる本発明の効果がより一層向上する。

そして、例えば本発明を薄膜磁気ヘッドに適用した場合、オーバーライト特性や高周波数領域、特に、10~20 MHzでの再生感度がより一層向上する。

なお、場合によっては、さらに窒素が、酸素や炭素の一部を置換して含有していてもよい。

この場合、酸素および炭素の含有量は、酸素、窒素および炭素の合計に対して、50 at%以上、より好ましくは80 at%以上、特に好ましくは90~100 at%であることが好まし

い。

これにより、特に ρ が向上し、高周波特性が向上する。

このような本発明の軟磁性薄膜の組成は、例えば、Electron Probe Micro Analysis (EPMA) 法によりすればよい。

軟磁性薄膜の膜厚は、用途等に応じて適宜選択すればよいが、通常1~6 μ 程度である。

このような本発明の軟磁性薄膜は、通常、Feを主成分とする主磁性相と、Mの酸化物および炭化物を主成分とする酸化物相および炭化物相とを有する。ただし、酸化物相や炭化物相の粒子は微細なため、通常のX線回折等では検出が困難な場合もある。

主磁性相は、通常、Feを主成分とする結晶粒子にて構成される。そして、結晶粒子は、Feのみで構成されてもよく、あるいはFeにM、酸素および炭素の1種以上が固溶したものであってもよい。

また、酸化物相や炭化物相は、通常、Mの酸

化物や炭化物にて構成されるが、さらにMの窒化物等が含まれていてもよい。この場合、Mの酸化物や炭化物は、通常、最も安定な酸化物や炭化物の形で存在するが、化学量論の組成から多少ずれていてもよい。

主磁性層の結晶粒子の平均結晶粒径Dは、1000Å以下であることが好ましい。

前記範囲をこえると、異方性分散を小さくすることができなくなると考えられ、結果として保磁力Hcが大きくなり、軟磁気特性を得ることができない。

そして、平均結晶粒径Dは、より好ましくは300Å以下、特に20~300Åであることが好ましい。

前記範囲の場合、特に高い透磁率 μ が得られ、例えば、本発明を薄膜磁気ヘッドに適用した場合、高い再生感度が得られる。

なお、平均結晶粒径Dが1000Å以下、特に300Å以下の場合、高い耐食性が得られる。

結晶粒子の平均結晶粒径Dは、粉末法によるX線回折線の α -Fe(110)ピークの半値巾 W_{50} を測定し、下記のシェラーの式から求めればよい。

$$\text{式 } D = 0.9 \lambda / W_{50} \cos \theta$$

上式において、 λ は用いたX線の波長であり、 θ は回折角である。

なお、 α -Fe(110)ピークの 2θ は、44.4度である。

また、主磁性相の結晶粒子は全体の50体積%以上、特に80体積%以上存在することが好ましい。

前記範囲未満では保磁力Hcが大きく、軟磁気特性が得られず、しかも飽和磁束密度Bsも低い。

微結晶よりなる主磁性相の体積比率は、例えば透過型電子顕微鏡を用いて、マトリックスの非晶質相と析出している微結晶相の体積比にて求めればよい。

本発明の軟磁性薄膜を成膜するには、蒸着、

スパッタリング、イオンブレーティング、CVD等の気相法を用いればよい。

成膜時には、通常、基板を水冷する。基板温度が高いと成膜される軟磁性薄膜の主磁性相および酸化物相の結晶粒が成長するため、基板温度は200℃以下が好ましい。

基板の冷却法に特に制限はなく、例えば、水冷して成膜すればよい。

軟磁性薄膜をスパッタ法により形成するには、例えば、以下のようにする。

ターゲットには、合金鑄造体や焼結体さらには複合ターゲット等を用いる。

酸素を膜中に混入するためには、酸素雰囲気中の反応性スパッタでもよく、あるいは、ターゲットに酸化物を用いてもよい。

スパッタリングは、Ar等不活性ガス雰囲気で行なわれる。

そして、反応性スパッタの場合は、酸素を0.2~2.5体積%程度含有させればよい。

スパッタの方式には特に制限はなく、また、使用するスパッタ装置にも制限はなく、通常のものを用いればよい。

なお、動作圧力は、通常、RFスパッタの場合には $3 \sim 30 \times 10^{-4}$ Torr程度、イオンビームスパッタの場合には $1.5 \sim 2.5 \times 10^{-4}$ Torr程度とすればよく、このほかの諸条件は、スパッタ方式の種類等に応じ適宜決定する。

成膜直後の膜は、非晶質でも、あるいは結晶質すなわち結晶粒子が存在してもよい。

なお、Mと酸素は親和力が強いため、酸素含有量の多い組成では成膜時にM酸化物の生成熱により膜が自己熱処理され、良好な軟磁気特性が得られる。

軟磁性薄膜の軟磁気特性をより一層向上させるため熱処理を行うことが好ましい。この場合、特に下記の条件が好適である。

昇温速度： $2 \sim 10^\circ\text{C}/\text{分程度}$

保持温度： $200 \sim 550^\circ\text{C}$ 、

特に $300 \sim 450^\circ\text{C}$ 程度

前記範囲未満であるとオーバーライト特性が悪化し、特に高保磁力の磁気記録媒体への記録が困難となる。

また、軟磁性膜の電気抵抗率 ρ は、 $100 \times 10^{-9} \Omega \cdot \text{cm}$ 以上、特に $130 \times 10^{-9} \Omega \cdot \text{cm}$ 以上のものが得られる。

このため、本発明の軟磁性薄膜は、例えば膜厚 $5 \mu\text{m}$ の薄膜の場合、 5 MHz 程度、特に 8 MHz 程度の周波数までは $|\mu|$ は低下せず、高周波でも高透磁率が得られる。

なお、 B_s 、 H_c 、 $|\mu|$ および ρ は下記のとおり測定すればよい。

B_s ：試料振動式磁力計(VSM)を用いて、 10 kOe の磁場中で行なう。

H_c ：薄膜ヒストロスコープを用いて行なう。

$|\mu|$ ：8の字コイル法を用いて 300 Oe の高周波磁場中にて実数成分 μ' と虚数成分 μ'' とを測定して実効透磁率 $|\mu|$ を算出する。

ρ ：四端子法でシート抵抗を測定して求める。

保持時間： $5 \sim 100$ 分程度

冷却速度： $2 \sim 20^\circ\text{C}/\text{分程度}$

雰囲気： 1×10^{-4} Torr以下の真空中

またはAr等の不活性ガス中

なお、本発明の場合、微細に分散したM酸化物やM炭化物が、熱処理による結晶粒子の粒成長を抑制するため、平均結晶粒径Dは前記の範囲内となる。

得られた軟磁性薄膜の直流 $\sim 50 \text{ Hz}$ 程度での保磁力 H_c は、 20 Oe 以下、より好ましくは 10 Oe 以下であることが好ましい。

また、 20 MHz での実効透磁率 $|\mu|$ は 1300 程度以上のものが得られる。

保磁力 H_c が前記範囲をこえると、あるいは初透磁率 μ_i が前記範囲未満であると、磁気ヘッドに適用したとき、記録・再生感度が低下する傾向にある。

また、軟磁性薄膜の飽和磁束密度 B_s は、 12 kG 以上、特に 15 kG 以上のものが得られる。

本発明の軟磁性薄膜は薄膜磁気ヘッド等の各種磁気ヘッドに適用できる。

第2図に、本発明を適用した好適実施例である浮上型の薄膜磁気ヘッドを示す。

第2図に示される薄膜磁気ヘッドは、スライダ7上に、絶縁層81、下部磁極層91、ギャップ層10、絶縁層83、コイル層11、絶縁層85、上部磁極層95および保護層12を順次有する。

本発明においてスライダ7は、材料として従来公知の種々のものを用いればよく、例えばセラミックス、フェライト等により構成される。

この場合、セラミックス、特に Al_2O_3 、 TiC を主成分とするセラミックス、 ZrO_2 を主成分とするセラミックス、 SiC を主成分とするセラミックスまたは AlN を主成分とするセラミックスが好適である。なお、これらには、添加物として Mg 、 Y 、 ZrO_2 、 TiO_2 等が含有されていてもよい。

スライダ7の形状やサイズ等の諸条件は公知の何れのものであってもよく、用途に応じ適宜選択される。

スライダ7上には、絶縁層81が形成される。

絶縁層81の材料としては従来公知のものは何れも使用可能であり、例えば、薄膜作製をスパッタ法により行なうときには、 SiO_2 、ガラス、 Al_2O_3 等を用いることができる。

絶縁層81の膜厚やパターンは公知の何れのものであってもよく、例えば膜厚は、 $5 \sim 40 \mu$ 程度とする。

磁極は、通常図示のように、下部磁極層91と、上部磁極層95として設けられる。

本発明では、下部磁極層91および上部磁極層95に、前記式で表わされる原子比組成の軟磁性薄膜を用いる。

このため、高保磁力の磁気記録媒体に対してもオーバーライト特性に優れ、記録・再生感度、特に、高周波数での記録・再生感度が高い

磁気ヘッドが得られる。

下部および上部磁極層91、95のパターン、膜厚等は公知のいずれのものであってもよい。例えば下部磁極層91の膜厚は $1 \sim 5 \mu$ 程度、上部磁極層95の膜厚は $1 \sim 5 \mu$ 程度とすればよい。

下部磁極層91および上部磁極層95の間にはギャップ層10が形成される。

ギャップ層10には、 Al_2O_3 、 SiO_2 等公知の種々の材料を用いればよい。

また、ギャップ層10のパターン、膜厚等は公知の何れのものであってもよい。例えば、ギャップ10の膜厚は $0.2 \sim 1.0 \mu$ 程度とすればよい。

コイル層11の材質には特に制限はなく、通常用いられる Al 、 Cu 等の金属を用いればよい。

コイルの巻回パターンや巻回密度についても制限はなく、公知のものを適宜選択使用すればよい。例えば巻回パターンについては、図示

のスパイラル型の他、積層型、ジグザグ型等何れであってもよい。

また、コイル層11の形成にはスパッタ法、めっき法等の各種気相被着法を用いればよい。

図示例ではコイル層11は、いわゆるスパイラル型としてスパイラル状に上部および下部磁極層91、95間に配設されており、コイル層11と上部および下部磁極層91、95間には絶縁層83、85が設けられている。

絶縁層83、85の材料としては従来公知のものは何れも使用可能であり、例えば、薄膜作製をスパッタ法により行なうときには、 SiO_2 、ガラス、 Al_2O_3 等を用いることができる。

また、上部磁極層95上には保護層12が設けられる。保護層12の材料としては従来公知のものは何れも使用可能であり、例えば Al_2O_3 等を用いることができる。

この場合、保護層12のパターンや膜厚等は

従来公知のものはいずれも使用可能であり、例えば膜厚は $10 \sim 50 \mu$ 程度とすればよい。

なお、本発明ではさらに各種樹脂コート層等を積層してもよい。

このような薄膜磁気ヘッドの製造工程は、通常、薄膜作製とパターン形成とによって行なわれる。

各層の薄膜作製には、上記したように、従来公知の技術である気相被着法、例えば真空蒸着法、スパッタ法等を用いればよい。

薄膜磁気ヘッドの各層のパターン形成は、従来公知の技術である選択エッチングあるいは選択デポジションにより行なうことができる。エッチングとしてはウェットエッチングやドライエッチングにより行なうことができる。

本発明を適用した薄膜磁気ヘッドは、アーム等の従来公知のアセンブリーと組み合わせて使用される。

また、前記の薄膜磁気ヘッドを用いて、種々

の方式のオーバーライト記録を行うことができる。

本発明の軟磁性薄膜は、このような薄膜磁気ヘッドのほかMIG（メタル・イン・ギャップ）ヘッド等の各種磁気ヘッドに適用できる。

また、熱処理温度が比較的低い300℃程度で十分な磁気特性が得られるので、ポリイミドなどの高分子フィルムの上に成膜することもできるので、薄膜インダクタ等にも適用できる。

<実施例>

以下、本発明の具体的実施例を挙げ、本発明をさらに詳細に説明する。

実施例1

イオンビームスパッタ装置を用いて、表1に示される原子比組成を有し、膜厚、約5μmのFe-Zr-C-O軟磁性薄膜を基板上に成膜した。

次に得られた薄膜の磁気特性を向上させるために真空度 1×10^{-4} Torr、温度300℃、保持時間1時間にて熱処理を行なった後に、以下の方法で諸特性を評価した。なお、比較サンプルNo. 3だけは軟磁性を得るために、熱処理温度を600℃とし、他の条件は実施例と同じように熱処理した。

(1)膜組成

特別に純度99.85%のアルミニウム基板上に成膜し、熱処理を行なった膜を用いて、EPMA法により求めた。

(2)実効透磁率($|\mu|$)

8の字コイル法を用い、300eの高周波磁場中で実数成分 μ' と虚数成分 μ'' を測定して $|\mu|$ を算出した。

(3)保磁力(Hc)

薄膜ヒストロスコープにより求めた。

(4)飽和磁束密度(Bs)

VSMを用いて10 kOeの磁場中で測定した。

まず、純鉄ターゲット上にZrおよびC（カーボン）のチップを対称性よく配置した複合ターゲットを用意した。そして、100mm径のバケット型イオンガンをもつイオンビームスパッタ装置にてArイオンを加速してターゲットに当て、ターゲットから所定の距離に置かれている基板上に膜厚約5μmの膜を成膜した。

この場合、真空チャンバーの基板に近い所から微量の酸素を流し、反応性スパッタを行なった。

なお、基板には結晶化ガラス（コーニング社製 フォトセラム）を用い、間接水冷して、基板の温度を100℃以下に保持した。

主な成膜条件は、下記のとおりである。

加速電圧：1200V

ビーム電流：130mA

成膜速度：160Å/分

到達真空度： 1×10^{-4} Torr

成膜中真空度：1.5～2.5 $\times 10^{-4}$ Torr

(5)電気抵抗率(ρ)

四端子法でシート抵抗を測定することにより求めた。

(6)結晶粒子の平均結晶粒径(D)

X線回折法を用いて α -Fe(110)ピークの半値幅より求めた。

(7)結晶粒子の含有率

透過型電子顕微鏡を用いて、マトリックスの非晶質相と析出している微結晶相の体積比より求めた。

結果は表1に示されるとおりである。

表 1

サンプル No.	組成 (at%)	μ i (20MHz)	Hc (Oe)	Bs (kG)	ρ ($\times 10^{-8} \Omega \cdot \text{cm}$)	D (Å)	結晶粒子の 含有率 (体積%)
1(本発明)	Fe _{88.2} Zr _{8.8} C _{1.8} O _{1.2}	1700	0.5	15.4	170	150	100
2(本発明)	Fe _{88.2} Zr _{8.8} C _{1.8} O _{1.2}	1410	0.5	15.7	140	135	100
3(比較)	Fe _{88.2} Zr _{8.8} C _{1.8} O _{1.2}	1180	0.5	16.2	95	70	100
4(比較)	Fe _{88.2} Zr _{8.8} O _{1.2}	730	1.9	15.2	155	150	100

から $|\mu|$ が減少しはじめ、約3.3 MHzでサンプルNo. 1とクロスしている。

これに対し、サンプルNo. 1は、約5 MHzまで $|\mu|$ が一定であることがわかる。

なお、サンプルNo. 2の $|\mu|$ の周波数特性もNo. 1とほぼ同等であった。

また、サンプルNo. 1およびNo. 2は熱的安定性や耐食性も良好であった。

このほか、Y、La、Ce、Ti、Zr、Hf、V、NbおよびTaから選ばれる種々の金属あるいは、Y、La、Ce、Ti、Zr、Hf、V、NbおよびTaから選ばれる2種以上の金属を用いてFe-M-C-O軟磁性薄膜を成膜して前記と同様の評価を行なったところ同等の結果が得られた。

また、本発明の軟磁性薄膜を磁気ヘッドに適用して、薄膜磁気ヘッドを製造した。

そして、高保磁力の磁気記録媒体に対し、記録・再生を行なったところ、十分なオーバーライト特性と高周波数での高い記録・再生感度

表1に示される結果から本発明の効果が明らかである。

すなわち、いずれのサンプルも14 kG以上の高いBsが得られたが、Oの含有量が少ない比較サンプルNo. 3は、 ρ が低く、このため20 MHzでの $|\mu|$ が低い。

また、Cを含有しない比較サンプルNo. 4は、 $|\mu|$ が低く、Hcが高い。

これに対し本発明のサンプルNo. 1およびNo. 2は、Hcが低く、 ρ が高い。

そして、20 MHzにて1400以上の $|\mu|$ が得られた。

また第1図に、サンプルNo. 1(本発明)およびサンプルNo. 3(比較)の $|\mu|$ の周波数特性を示す。

グラフから明らかなように、低周波数領域での $|\mu|$ はほぼ同じであるが、約4 MHz以上の高周波数領域での $|\mu|$ は、サンプルNo. 1の方が高い。

より詳細には、サンプルNo. 3は、約3 MHz

等の優れた電磁変換特性が得られた。この場合、保磁力1400 Oeの媒体に一定の波長の信号を記録し、相対速度を変えて再生して得た再生周波数特性の相対出力は、5 MHzまで一定であった。

< 発明の効果 >

本発明の軟磁性薄膜は、飽和磁束密度Bsが高く、透磁率 μ 特に高周波数での μ が高く、保磁力Hcが低い軟磁性特性を有し、電気抵抗率 ρ が高く、しかも熱的安定性が良い。

加えて、耐食性が良い。

さらには、単層膜で前記の特性が得られるため、成膜が容易であり、生産歩留りや量産性が高い。

また、本発明の軟磁性薄膜を例えば、磁気ヘッドに適用する場合、高保磁力の磁気記録媒体へ十分な記録を行なうことができ、十分なオーバーライト特性が得られる。

加えて、記録・再生感度、特に高周波数での

記録・再生感度が従来のものに比べ格段と向上する。

FIG. 1

4. 図面の簡単な説明

第1図は、軟磁性薄膜の実効透磁率 $|\mu|$ の周波数特性が示されるグラフである。

第2図は、本発明の軟磁性薄膜を適用した薄膜磁気ヘッドの1例が示される部分断面図である。

符号の説明

- 7 … スライダ
- 81、83、85 … 絶縁層
- 91 … 下部磁極層
- 95 … 上部磁極層
- 10 … ギャップ層
- 11 … コイル層
- 12 … 保護層

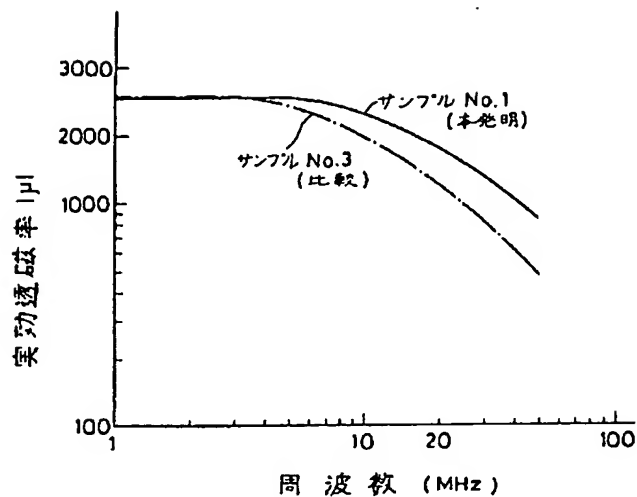
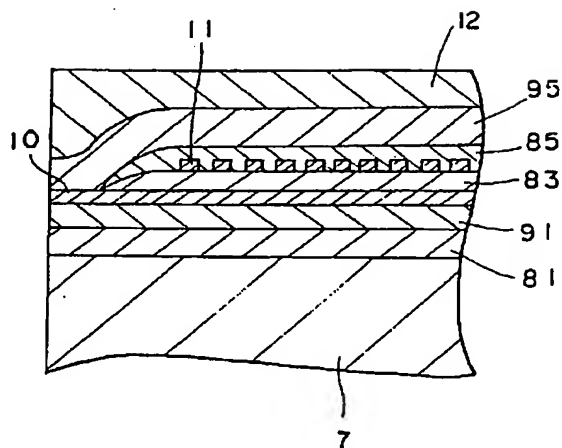


FIG. 2



【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載
 【部門区分】第7部門第2区分
 【発行日】平成10年(1998)12月18日

【公開番号】特開平4-48707
 【公開日】平成4年(1992)2月18日
 【年通号数】公開特許公報4-488
 【出願番号】特願平2-156942
 【国際特許分類第6版】

H01F 10/14
 C01G 49/00
 C22C 38/00 303
 G11B 5/66
 5/706

【F I】

H01F 10/14
 C01G 49/00 A
 C22C 38/00 303 S
 G11B 5/66
 5/706

手続補正書(自発)

平成 9 年 5 月 21 日

特許庁長官 殿

1. 事件の表示 平成 2 年特許第 156942 号



2. 補正をする者

事件との関係 特許出願人
 住 所 東京都中央区日本橋一丁目13番1号
 名 称 ティーディーケイ株式会社

3. 代 理 人

住 所 〒113
 東京都文京区湯島3丁目23番1号
 天神弥栄興産ビル3階
 ☎3839-0367 Fax. 3839-0327
 氏 名 (8286) 弁護士 石 井 陽



4. 補正の対象

明細書の「特許請求の範囲」および「発明の詳細な説明」の各欄

5. 補正の内容

(1) 特許請求の範囲を別紙のとおり補正する。

(2) 明細書第6頁第4行~第10行の「(1) ...である。)」を以下のとおり補正する。

「(1) Fe、M(Mは3A族元素、4A族元素および5A族元素から選ばれる1種以上である)、CおよびOを含有し、M、CおよびOの含有量をそれぞれa、bおよびcとしたとき $2 \leq a \leq 15$ 、 $4 \leq b + c \leq 35$ 、 $1 \leq b \leq 34$ 、 $1 \leq c \leq 34$ であることを特徴とする軟磁性薄膜。」

2. 特許請求の範囲

(1) Fe、M (Mは3A族元素、4A族元素および5A族元素から選ばれた1種以上である)、CおよびOを含有し、M、CおよびOの含有量をそれぞれa、bおよびcとしたとき $2 \leq a \leq 15$ 、 $4 \leq b + c \leq 35$ 、 $1 \leq b \leq 34$ 、 $1 \leq c \leq 34$ であることを特徴とする軟磁性薄膜。

(2) Feを主成分とする主磁性相を有し、前記主磁性相の結晶粒子の平均結晶粒径Dが1000Å以下である請求項1に記載の軟磁性薄膜。

(3) Feを主成分とする主磁性層を有し、前記主磁性相の結晶粒子が全体の50体積%以上存在する請求項1または2に記載の軟磁性薄膜。